

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-41341

(43) 公開日 平成8年(1996)2月13日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 L 81/02	LRG			
C 0 8 K 3/26				
7/08				
F 2 1 V 7/22		Z		
G 0 2 B 5/08		A		

審査請求 未請求 請求項の数2 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平6-175186

(22) 出願日 平成6年(1994)7月27日

(71) 出願人 000003300

東ソー株式会社

山口県新南陽市開成町4560番地

(72) 発明者 荻田 泰久

三重県四日市市大字羽津乙129

(72) 発明者 加藤 利一

三重県四日市市高見台2丁目13-3

(54) 【発明の名称】 ポリフェニレンスルフィド樹脂組成物および光反射用成形品

(57) 【要約】

【目的】 成形品の表面平滑性および剛性に優れたポリフェニレンスルフィド樹脂組成物およびこれを成形してなる表面平滑性および剛性に優れた光反射用成形品を提供する。

【構成】 熔融粘度300～4000ポイズであるポリフェニレンスルフィド樹脂40～60重量%、チタン酸カリウムウィスカー10～20重量%および平均粒径1～7 μ mである炭酸カルシウム30～50重量%からなることを特徴とするポリフェニレンスルフィド樹脂組成物およびこれを成形してなる光反射用成形品。

1

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 熔融粘度 300～4000 ポイズであるポリフェニレンスルフィド樹脂 40～60 重量%、チタン酸カリウムウイスキー 10～20 重量%および平均粒径 1～7 μm である炭酸カルシウム 30～50 重量%からなることを特徴とするポリフェニレンスルフィド樹脂組成物。

【請求項 2】 請求項 1 に記載の樹脂組成物を成形してなる光反射用成形品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明はポリフェニレンスルフィド樹脂組成物およびこれを成形してなる光反射用成形品に関するものであり、さらに詳しくは、成形品の表面平滑性および剛性に優れたポリフェニレンスルフィド樹脂組成物およびこれを成形してなる表面平滑性および剛性に優れた光反射用成形品に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 ポリフェニレンスルフィド樹脂は、その優れた耐熱性、耐薬品性、寸法安定性および機械的強度を生かして、電気・電子機器部品材料、自動車機器部品材料への展開が進められている。しかしながら、ポリフェニレンスルフィド樹脂は、樹脂単独では耐熱性、機械的強度ともに十分ではないため、繊維状強化材および／または無機充填材を添加することにより、耐熱性、機械的強度を高めて使用される。

【0003】 ポリフェニレンスルフィド樹脂の自動車機器部品材料への展開として、高度な表面平滑性を要求される自動車用ランプリフレクターとしての利用が提案されている。例えば、特開昭 63-243162 号（ポリフェニレンスルフィド樹脂、約 5～40 重量%の無機繊維および約 15～70 重量%のシリカヒュームからなる樹脂組成物）、特開平 2-244501 号（ポリフェニレンスルフィド樹脂、10 重量%以下のガラス繊維および 40～70 重量%の充填材からなる樹脂組成物）等があげられる。しかしながら、特開昭 63-243162 号に開示された組成物は、表面平滑性が十分ではなく、特開平 2-244501 号に開示された組成物は、ガラス繊維の添加により表面平滑性が著しく低下し、また、ガラス繊維を添加しない場合には、剛性が低いため、高温時には成形品の変形が大きくなり、自動車用ランプリフレクターとしての使用においては、光軸の変化を引き起こすといった問題を生じる。さらに、特開平 2-244501 号に開示された組成物は、使用する充填材の平均粒径が大きい場合、成形品の表面平滑性の著しい低下を引き起こし、また、充填材の単独使用では、優れた成形品の表面平滑性および剛性を両立することはできない。これらは、自動車用ランプリフレクターの実用化において大きな障害となる。

【0004】

2

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、成形品の表面平滑性および剛性に優れたポリフェニレンスルフィド樹脂組成物およびこれを成形してなる表面平滑性および剛性に優れた光反射用成形品を提供するものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは上記課題を解決するために鋭意検討を行った結果、本発明を完成するに至った。

【0006】 すなわち、本発明は、熔融粘度 300～4000 ポイズであるポリフェニレンスルフィド樹脂 40～60 重量%、チタン酸カリウムウイスキー 10～20 重量%および平均粒径 1～7 μm である炭酸カルシウム 30～50 重量%からなることを特徴とするポリフェニレンスルフィド樹脂組成物およびこれを成形してなる光反射用成形品に関するものである。

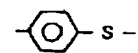
【0007】 以下、本発明を詳細に説明する。本発明で使用されるポリフェニレンスルフィド樹脂としては、熔融粘度（測定温度 300℃、荷重 10 kg の条件下、直径 1 mm、長さ 2 mm のダイスを用いて高化式フローテスターで測定）が 300～4000 ポイズ、特に好ましくは 1000～3500 ポイズの範囲にあるポリフェニレンスルフィド樹脂であり、直鎖状のものであっても、酸素雰囲気下での加熱処理、または過酸化物等を添加しての加熱処理により硬化させ、重合度を上げたものであっても、また、非酸化性の不活性ガス中で加熱処理を施したものであってもかまわないし、さらにこれらの構造の混合物であってもかまわない。熔融粘度が 300 ポイズ未満では強度低下がみられかつガス発生量が多いため好ましくない。一方、4000 ポイズを超えると流動性の低下が著しく、成形品の表面平滑性が低下するため好ましくない。熔融粘度が 1000～3500 ポイズの範囲にあるポリフェニレンスルフィド樹脂は、成形品の強度および流動性が特に優れ、ガス発生量が少ないため、好ましい。

【0008】 また、上記のポリフェニレンスルフィド樹脂は、脱イオン処理（酸洗浄や熱水洗浄等）を行うことによってイオンを低減させたものであってもよい。

【0009】 さらに、本発明に使用されるポリフェニレンスルフィド樹脂はその構成単位として、

【0010】

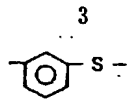
【化 1】



【0011】 を 70 モル%以上、より好ましくは 90 モル%以上含有しているものが好ましい。 また、構成単位として 30 モル%未満、好ましくは 10 モル%未満であれば、m-フェニレンスルフィド単位、

【0012】

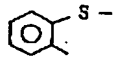
【化 2】



【0013】 o -フェニレンスルフィド単位、

【0014】

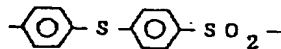
【化3】



【0015】 フェニレンスルフィドスルホン単位、

【0016】

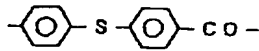
【化4】



【0017】 フェニレンスルフィドケトン単位、

【0018】

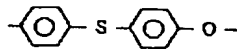
【化5】



【0019】 フェニレンスルフィドエーテル単位、

【0020】

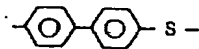
【化6】



【0021】 ジフェニレンスルフィド単位、

【0022】

【化7】



【0023】 等の共重合単位を含有していてもさしつかえない。

【0024】 本発明に使用されるチタン酸カリウムウイスキーは市販のものが利用できる。使用されるチタン酸カリウムウイスキーは、剛性、強度、流動性等から平均繊維径は $1\mu\text{m}$ 以下、平均繊維長は $30\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。

【0025】 また、本発明に使用されるチタン酸カリウムウイスキーの配合量は $10\sim 20$ 重量%である。配合量が 10 重量%未満の場合には、剛性の改良効果が小さいため好ましくない。一方、 20 重量%を越えると、成形品の表面平滑性が低下するうえに、チタン酸カリウムウイスキーが高価なため、商業的な利用価値が小さく好ましくない。

【0026】 さらに、本発明に使用されるチタン酸カリウムウイスキーは、強度および流動性の向上のため、シラン系またはチタン系等のカップリング剤で予備処理して使用することが好ましい。特に、強度および流動性向上に効果がみられるアミノシラン系カップリング剤の使用が好ましい。

4

【0027】 本発明に使用される炭酸カルシウムの平均粒径(D50)は $1\sim 7\mu\text{m}$ 、好ましくは $2\sim 5\mu\text{m}$ である。平均粒径が $7\mu\text{m}$ を越えると、成形品の表面平滑性が低下するため好ましくない。一方、 $1\mu\text{m}$ 未満では、強度および流動性の低下がみられるため好ましくない。平均粒径 $2\sim 5\mu\text{m}$ では、成形品の表面平滑性、強度および流動性が特に優れるため、好ましい。また、本発明に使用される炭酸カルシウムの配合量は $30\sim 50$ 重量%、好ましくは $33\sim 45$ 重量%である。配合量が 30 重量%未満の場合には、耐熱性の低下が著しく好ましくない。一方、 50 重量%を超える場合には、成形品の表面平滑性および流動性の低下がみられるため好ましくない。配合量が $33\sim 45$ 重量%では、成形品の表面平滑性、耐熱性および流動性が特に優れるため、好ましい。

【0028】 特に、本発明においては、チタン酸カリウムウイスキーと平均粒径 $1\sim 7\mu\text{m}$ の炭酸カルシウムよりなる2成分の充填材の組み合わせにより、剛性、流動性、耐熱性、表面平滑性を満足するポリフェニレンスルフィド樹脂組成物を見出だした。

【0029】 本発明の樹脂組成物は、本発明の目的を逸脱しない範囲で、タルク、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、カオリン、クレー、パイロフェライト、ベントナイト、セリライト、ネフェリンシナイト、アタパルジャイト、ウォラストナイト、フェライト、ケイ酸カルシウム、炭酸マグネシウム、ドロマイト、三酸化アンチモン、酸化亜鉛、酸化チタン、酸化マグネシウム、酸化鉄、二硫化モリブデン、黒鉛、石膏、ガラスビーズ、ガラスパルーン、ガラスパウダー、シリカ等の充填材を1種以上併用してもよい。これらは必要により、シラン系またはチタン系等のカップリング剤で予備処理して使用することもできる。

【0030】 また、本発明の樹脂組成物は、本発明の目的を逸脱しない範囲で、オレフィン系、スチレン系、ウレタン系、エステル系、フッ素系、アミド系、アクリル系等の熱可塑性エラストマー、ポリブタジエン、ポリイソブレン、ポリクロロブレン、ポリブテン、スチレンブタジエンゴムおよびその水添物、アクリルニトリルブタジエンゴム、エチレンプロピレン共重合体、エチレンプロピレンエチリデンノルボルネン共重合体等のゴム成分、ナイロン6、ナイロン66、ナイロン46、ナイロン610、ナイロン11、ナイロン12等のポリアミド系樹脂、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリアリレート等のポチエステル系樹脂、ポリスチレン、ポリ α -メチルスチレン、ポリ酢酸ビニル、ポリ塩化ビニル、ポリアクリル酸エステル、ポリメタクリル酸エステル、ポリアクリルニトリル、ポリウレタン、ポリアセタール、ポリフェニレンオキシド、ポリカーボネート、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリアリルスルホン、ポリフェニレンスルフィドス

ルホン、ポリフェニレンスルフィドケトン、ポリエーテルケトン、ポリエーテルエーテルケトン、ポリアミドイミド、ポリイミド、シリコン樹脂、フェノキシ樹脂、フッ素樹脂および異方性溶融相を形成する溶融加工可能な樹脂等の単独重合体、ランダムまたはブロック、グラフト共重合体およびそれらの混合物またはその改質物等の樹脂を 1 種以上併用してもよい。

【0031】さらに、本発明の樹脂組成物は、本発明の目的を損なわない範囲で、従来公知の離型剤、滑剤、熱安定剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、結晶核剤、発泡剤、防錆剤、イオントラップ剤、難燃剤、難燃助剤、染料、顔料等の着色剤、帯電防止剤等の添加剤を 1 種以上併用してもよい。

【0032】本発明のポリフェニレンスルフィド樹脂組成物の製造方法としては、従来使用されている加熱溶融方法を用いることができる。例えば、V-ブレンダー、ヘンシェルミキサー等の各種ブレンダーで混合した後、ニーダー、ミル、一軸または二軸の押出機で加熱溶融混合する方法があげられる。さらに、得られた組成物は、射出成形機、押出成形機、トランスファー成形機、圧縮成形機を用いて成形することができる。

【0033】さらに、本発明の樹脂組成物を成形することにより得た成形品は、特に表面平滑性および剛性に優れるため、光反射性能に優れ、光軸の安定した自動車用ランプリフレクター等の前記の従来の課題を解決した光反射用成形品として用いることができる。

【0034】

【実施例】以下、本発明を実施例によって具体的に説明するが、本発明はこれら実施例のみに限定されるものではない。

【0035】実施例 1～3

ポリフェニレンスルフィド樹脂 (PPS、東ソー・サスティール (株) 製、溶融粘度 1900 ポイズ)、チタン酸カリウムウイスカー (平均繊維径 0.6 μm 、平均繊維長 20 μm 、アミノシラン系カップリング剤使用

品)、炭酸カルシウム (平均粒径 4 μm) を表 1 に示す割合で配合した後、二軸押出機を用いて 300℃で溶融混練し、ペレット化した。ついで成形品の強度および剛性を評価するため、射出成形機によって試験片を作成し、曲げ強度および曲げ弾性率の測定 (ASTM D790 準拠) を行った。また、成形品の表面平滑性の評価を行うため、射出成形機によって円板 (102mm ϕ 、厚さ 2mm) を作成し、その成形品鏡面の最大高さ (Rmax) の測定 (JIS B0601 準拠) を行い、さらに、その成形品鏡面に蛍光灯を反射させ、その反射像のゆがみの有無を目視判定した。○は良好、×は不良を表す。また、流動性の評価を行うため、上記の方法にて得られた樹脂組成物のペレットを使用し、メルトフローレート (MFR) の測定 (ASTM D1238 準拠、測定温度 315℃、荷重 5 kg) を行った。それぞれの測定結果を表 2 に示す。

【0036】得られた組成物は、強度、剛性、表面平滑性に優れ、十分満足できる光反射用成形品を得ることができた。

【0037】比較例 1～6

溶融粘度の異なるポリフェニレンスルフィド樹脂 (PPS、東ソー・サスティール (株) 製)、チタン酸カリウムウイスカー (平均繊維径 0.6 μm 、平均繊維長 20 μm 、アミノシラン系カップリング剤使用品)、ガラス繊維 (平均繊維径 4 μm 、3mm チョップドストランド品)、平均粒径の異なる炭酸カルシウムを表 1 に示す割合で配合し、実施例と同様の操作および評価を行った。それぞれの測定結果を表 2 に示す。

【0038】得られた組成物は、強度、剛性、表面平滑性の 1 部の特性を満足することはあっても、総ての特性を満足することはなく、満足できる光反射用成形品を与えることはできなかった。

【0039】

【表 1】

	PPS		組成 チタン酸カリウムウイスカー		ガラス繊維		炭酸カルシウム	
	溶融粘度 ポイズ	配合量 重量%	配合量 重量%		平均繊維径 μm	配合量 重量%	平均粒径 μm	配合量 重量%
実施例 1	1900	50	10		—	—	4	40
実施例 2	1900	45	10		—	—	4	45
実施例 3	1900	50	15		—	—	4	35
比較例 1	1900	50	—		—	—	4	50
比較例 2	3000	90	10		—	—	—	—
比較例 3	1900	50	10		—	—	10	40
比較例 4	500	45	10		4	5	4	40
比較例 5	200	50	10		—	—	4	40
比較例 6	5400	50	10		—	—	4	40

【0040】

【表 2】

	曲げ強度 kg/cm ²	成形品特性		表面平滑性 目視判定	MFR g/10分
		10 ⁵	曲げ弾性率 kg/cm ²		
実施例 1	1080	1.07		○	88
実施例 2	1030	1.11		○	78
実施例 3	1180	1.15		○	90
比較例 1	950	0.86		○	80
比較例 2	1400	0.57		○	—
比較例 3	1060	1.07		×	—
比較例 4	1200	1.20		×	—
比較例 5	900	1.06		○	測定不能 ¹⁾
比較例 6	1110	1.87		×	12

1) 流動性大のため

【0041】

【発明の効果】以上の説明から明らかなように、限定された熔融粘度を有するポリフェニレンスルフィド樹脂に、配合量を限定したチタン酸カリウムウィスカーと平均粒径および配合量を限定した炭酸カルシウムを併用して配合することにより、成形品の表面平滑性および剛性

に優れたポリフェニレンスルフィド樹脂組成物を得ることができる。さらに、これを成形することにより得た光反射用成形品は、剛性、表面平滑性に優れることから、光反射性能に優れ、光軸の安定した自動車用ランプリフレクター等の光反射用成形品として得ることができる。

【0042】